

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

Abstract of Japanese patent laid-open publication No. Sho 47-35318

This invention relates to new naphthalate polyester fibers which comprise naphthalate polyester which contains more than 85% of ethylene-2,6-naphthalate units and has a limit viscosity of 0.3~1.0.



②特願昭46-23677 ①特開昭47-

④公開昭47.(1972)11.24 (全5

審査請求 無

特許願 (特許法第38条ただし書)  
の規定による特許出願  
昭和46年4月/20日

⑬日本国特許庁

⑬公開特許公報

特許庁長官殿

1. 発明の名称

ナフタレートポリエステル繊維及びその製造法

2. 特許請求の範囲に記載された発明の要

3. 発明者

山口県岩国市東津町1丁目28番地の101号 齋藤徳雄  
(ほか2名)

4. 発明者 大阪市北区堀田1番地  
(800) 帝人株式会社  
代表者 大隈昌三

5. 代理人 東京都千代田区千代田2丁目1番1号  
(原野ビル)  
帝人株式会社  
(0572) 6985 仲 隆 弘  
所在地 (095) 4423 成 小 勇

6. 添付書類の目録

(1) 明 細 書  
(2) 図 面  
(3) 発 明 要 約



明 細 書

庁内整理番号

6147 47

⑤日本分類

42 D12

1. 発明の名称

ナフタレートポリエステル繊維及びその製造法

2. 特許請求の範囲

(1) エタレン-2,6-ナフタレート単位を85%以上含み、且つ屈折率が0.9~1.0であるナフタレートポリエステルからなり、X線回折におけるブラッグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ と $2\theta = 15.6^\circ$ との回折強度比(R)が0.43~1.73の範囲内にあることを特徴とするナフタレートポリエステル繊維。

(2) エタレン-2,6-ナフタレート単位を85%以上含み、且つ屈折率が0.9~1.0であるナフタレートポリエステルからなる糸状体糸を、延伸熱処理後のX線回折におけるブラッグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ と $2\theta = 15.6^\circ$ との回

3. 発明の詳細な説明

本発明は新規なナフタレートポリエステル及びその製造法に関するものである。しくは新規な糸状体糸を有し特に電線として好適なナフタレートポリエステル繊維を工業的に製造する方法に関する。

ナフタレン-2,6-ジカルボン酸と1,4-ナトリウムとを反応せしめて得られるナトリウムナフタレートポリエステル繊維は、従来利用されているポリエチレンナフタレート繊維に比べ機械的性質並びに質においてすぐれた点が多いため、最近材料等の繊維資材用として注目されている。しかしながら、従来のナフタレートポリエステル繊維は、伸度が小さいこと、高強度低下が生じること等のため、繊維

本發明者らは、従来のナフタレートポリエス  
テル繊維が有する優れた諸特性、例えば高強度、  
高マング率、熱に対する寸法安定性等を保持し  
ながら、従来のナフタレートポリエステルより  
伸度が大きく且つ高温での強度低下が小さく電  
気絶縁材料として好適な性質を有するナフタレ  
ートポリエステル繊維について鋭意研究の結果、  
従来のナフタレートポリエステル繊維とは全く  
異なる特徴を結晶構造をもたせることにより、  
伸度及び高温での強度を改善しうることを見い  
出し、本發明に到達したものである。

即ち、本発明の新規なフタレートポリエス  
タも繊維は、エタレン-2,6-チフタレート単  
位を65モル以上含み、且つ極限粘度が0.9-  
1.0であるフタレートポリエスタルから成り、  
X線回折法によるブラグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ と  
 $2\theta = 19.6^\circ$ との回折強度比(B)が0.45-1.5の  
の範囲内にあることを特徴とするものである。

本発明の繊維を構成する重合体はポリエチレン  
C-26-ナフタレート又は、それと以下の

シタンジカルボン酸、 $\alpha$ - $\beta$ -カルボキシルベンゼンスルホン酸、トリウムなどのカルボン酸、グリコール酸、 $\beta$ -オキソ安息香酸、 $\beta$ -オキシエトキソ安息香酸などのオキソカルボン酸、プロピルグリコール、トリメチレングリコール、ジエチレングリコール、サトラメチレングリコール、ヘキサメチレングリコール、ネオペンチレングリコール、 $\beta$ -ヒドロキシグリコール、 $\alpha$ - $\beta$ -ヒドロキシ安息香酸、ビスフェノールA、 $\beta$ - $\beta$ -ジフェノキシルスルホン、 $\beta$ -ピル（ $\beta$ -ヒドロキシエトキ）ベンゼン、 $\alpha$ - $\beta$ -ビス（ $\beta$ - $\beta$ -ヒドロキシエトキ）フェニル、プロパン、ブチアルキレングリコール、 $\beta$ -フェニルビス（ジメチルシクロヘキサン）などのオキソ化合物、或はその機能の誘導体：前記カルボン酸類、オキソカルボン酸類、オキソ化合物類又はその機能の誘導体から誘導せられる高機能化合物類である。前記の化合物は、可溶性、不溶性、

第3成分を含む共重合ポリエチレン-  
フタレートである。一般にポリエチレ  
ン-フタレートはすうたレン-2,6-  
ン酸又はその機能誘導体とエチレン  
酸又はその機能誘導体とを、触媒の  
適当な反応条件の下に重合せしめると  
て合成される。この場合、ポリエチレ  
ン-フタレートの重合完結前に適当な  
3種以上の第3成分を添加すれば共重  
合ポリエスチルが合成されるが、適当  
分としては4-5個のエステル形成官能  
基を有する化合物、例えば、シユリ酸、コハク  
酸、セバシム酸、タイマー酸、ネ  
ブチルカルボン酸、シクロブ、ロバンジカ  
シクロブタンジカルボン酸、ヘキサヒ  
ドロフタル酸などの脂肪族ジカルボン酸、  
イソフタル酸、ナフタレン-2,9-ジ  
酸、ジフェニルジカルボン酸などの芳  
香族ジカルボン酸、ジフェニルエーテルジカル  
ボン酸、ジフェニルメタンジカルボン酸、

オレフィン、アクリルモノマーなど。上のエステル形成官能基を有する化合物はグリセリン、ペンタエリスリトール、ソールフロパンなども実質的に無制限に使用される化合物があげられる。ポリスチレン中に二酸化チタンなどやリン酸、脂肪酸及びそれらのエステルの安定部が含まれていてもよいこともない。但し、これらの第三成分の共融性はセルロース系とすべきであり、共にこれより多い場合には液相耐熱性、弾性、強度性を相当低下させる場合が多い。

本発明の繊維は簡記フタレート系  
のうち、電阻粘度(η)が0.3~1.6の  
で構成される。本明細書に言う電阻粘  
度リマール金フエノールとオルトジクロ

って溶融初氷が困難となり、(c)が0.9未満では目的とする物性の良好な繊維が得られまいので不適当である。

本発明の繊維の最大の特徴は新規な結晶構造を有することにある。この結晶構造はX線回折法による赤道方向の回折強度分布曲線において、ブラッグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ における回折強度と、 $2\theta = 15.6^\circ$ における回折強度との比(R)が0.43~1.73の範囲にあることによって特徴づけられる。

添付図面はナフタレートポリエステル繊維のX線回折法による赤道方向の回折強度分布曲線を示すグラフである。(測定条件は、標準電機試験機D-30型装置により、33KV、20mAニッケルフィルター使用、ダイバージェンススリット0.15mm、スキャタリング、スリット $1^\circ$ 、レシービングスリット0.4mm、 $\lambda = 1.542\text{\AA}$ とした)

図中の曲線(1)は本発明の繊維の回折強度分布曲線を例示し、曲線(2)は従来のナフタレートポリエステル繊維の回折強度分布曲線を例示し、

- 7 -

(R)は約0.9で従来の繊維より非常に大きい。

本発明の繊維は、前記の如き新規な結晶構造を有すること起因して、充分な強度を保持しつつ従来のものに比べ伸度が大きいという利点を有する。即ち、強度を82/d伸度を8%で換わすと、 $B \times \sqrt{d}$ の値が32~34となり且つBの値が3.8~4.0となる。しかし従来のナフタレートポリエステル繊維の如くBが0.43未満の場合は、強度が55/d程度で伸度は1%以下となつて伸度が不十分であり、一方、Bが1.73より大きくなると伸度は向上するが強度が低下して実用性が低下する。さらに、本発明の繊維は高湿における強度低下が少ないという利点を有する。例えば従来のナフタレートポリエステル繊維を550℃の温度で6時間処理した場合の強度維持率は高々60%であるが、本発明の繊維を同様に処理した場合の強度維持率は約70%以上に向上

特開昭47-353  
曲線(2)は非晶による回折強度分布曲線を  
本発明に云うブラッグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$   
 $2\theta = 15.6^\circ$ との回折強度比(R)は次式に算出される値である。

$$R = \frac{I_{018.7^\circ} - I_{015.6^\circ}}{I_{015.6^\circ} - I_{015.6^\circ}}$$

(但し、 $I_{018.7^\circ}$ 及び $I_{015.6^\circ}$ はそれぞれX線回折強度分布曲線におけるブラッグ反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ 及び $2\theta = 15.6^\circ$ での回折強度のピークの高さ)、 $I_{018.7^\circ}$ 及び $I_{015.6^\circ}$ それぞれ非晶による回折強度分布曲線における反射角 $2\theta = 18.7^\circ$ 及び $2\theta = 15.6^\circ$ で強度を換わす。)

図面より明らかなように、従来のナフタレートポリエステル繊維(1)はブラッグ反射角 $2\theta$ のピークが高く、 $2\theta = 18.7^\circ$ には殆どピークがないため、回折強度比(R)は約0.13に小さく、このように繊維のBが0.43以上あることはない。これに対し本発明の繊維 $2\theta = 18.7^\circ$ に独特のピークがあり、回折

- 8 -

熱耐熱性及び耐光性が優れているため、あるいは繊維として使用される用途の裁断加工種々のトラブル(例えば、毛羽の発生、低下等)が一掃され、耐熱性の要求される分野や工業用分野、特に電気絶縁材料と用である。

前述の如き本発明の繊維は、例えば本体を溶法により溶融紡糸した板状強度0のナフタレートポリエステル糸を延伸率が0.43~0.73になるように延伸熱処理することにより製造することができる。

Bが0.43~0.73になるように延伸熱処理方法としては、供給ローラを $110^\circ \sim 170^\circ$ 熱して糸延伸糸を該ローラ上で0.03秒以上後10~45倍に延伸し、次いで延伸糸以上温度以下の温度で熱処理する方法が適である。前述の延伸熱処理条件のうち

なってしまう。

次に、本発明方法の実施例を叙述する。前記の結果は以下の実施例により更に明らかとなる。なお、本明細書において使用するX線回折法による赤道方向の回折強度分布曲線及び衍伸曲線は、次の如くして求められる。

#### (1) X線回折

理学電機KK製 D-90型装置

35KV X 20mA , ニッケルフィルター使用

ダイアグノシス スリット 0.15φ, ステッピング, スリット1°

レシービング スリット 0.6φ,  $\lambda = 1.542 \text{ \AA}$

#### (2) 衍伸装置

試料長20cm, 引延速度100%/min の条件で測定した。

尚、荷重-伸長曲線より得られる切断強度、伸長の伸長に伴うフィニールの減少はこれを補正していない。

#### 実施例1

張力強度(σ)が0.63のポリエチレン-26-αフタレートを経径0.45mmの円形紡糸孔を有す

- 11 -

熱された加熱ローラー上で種々の時間加熱して延伸しそれに続く250℃に加熱されたスリットヒーターで延伸熱処理して得た延伸熱処理糸を600m/minで巻取った。その際、延伸倍率、予熱時間を変えて得た繊維の物性を第2表に示す。

第 2 表

| 実験No | 延伸倍率 | 加熱時間(sec) | R    | 強度(σ/σ) | 伸度(%) | 強度減損率(%) |      |
|------|------|-----------|------|---------|-------|----------|------|
|      |      |           |      |         |       | ■ 耐熱     | ■ 耐光 |
| 4    | 3.3  | 1.36      | 1.02 | 5.10    | 30.6  | 71.6     | 85.9 |
| 5    | 3.6  | 1.48      | 0.99 | 5.48    | 32.7  | 71.8     | 79.0 |
| 6    | 3.9  | 1.61      | 0.79 | 5.63    | 24.9  | 69.3     | 75.0 |
| 7    | 3.6  | 6.40      | 0.96 | 4.49    | 37.2  | 50.7     | 61.9 |

(実験No7は比較例)

※ 加熱150℃にて6時間処理

※ ※ イソノン50時間照射

#### 比較例

特開47-35  
る紡糸口全から紡糸速度320℃で溶融600m/minで引取った。この糸延伸糸温度に加熱された300℃のD-5K8にて予熱後40倍に延伸し、引続いて加熱されたスリットヒーターで延伸熱延伸熱処理330m/minで巻取った。得た糸を第1表に示す。

第 1 表

| 実験No | D-5K8加熱温度(℃) | R    | 強度(σ/σ) |
|------|--------------|------|---------|
| 0    | 110          | 0.28 | 5.47    |
| 1    | 115          | 0.60 | 5.01    |
| 2    | 130          | 0.63 | 5.68    |
| 3    | 145          | 0.70 | 5.56    |

(実験No0は比較例)

#### 実施例2

張力強度(σ)が0.60のポリエチレンαフタレートを径0.4mmの円形紡糸口金を用い、315℃の紡糸速度で吐出m/minで引取った。この糸延伸糸を1

- 12 -

延伸して600m/minで巻取った。これも糸速糸で切断強度は30~60g/あるが、切断伸度は1.9%以下で伸度れなかった。このもののX線回折強度何れも0.12以下であった。

#### 4. 図面の簡単な説明

添付図面はαフタレートポリエス々X線回折における赤道方向の回折強度を例示するものであって、図中の曲線の傾斜の傾斜のもの、曲線は従来公知のα-ポリエス々繊維のものである。

特許出版人 審人張

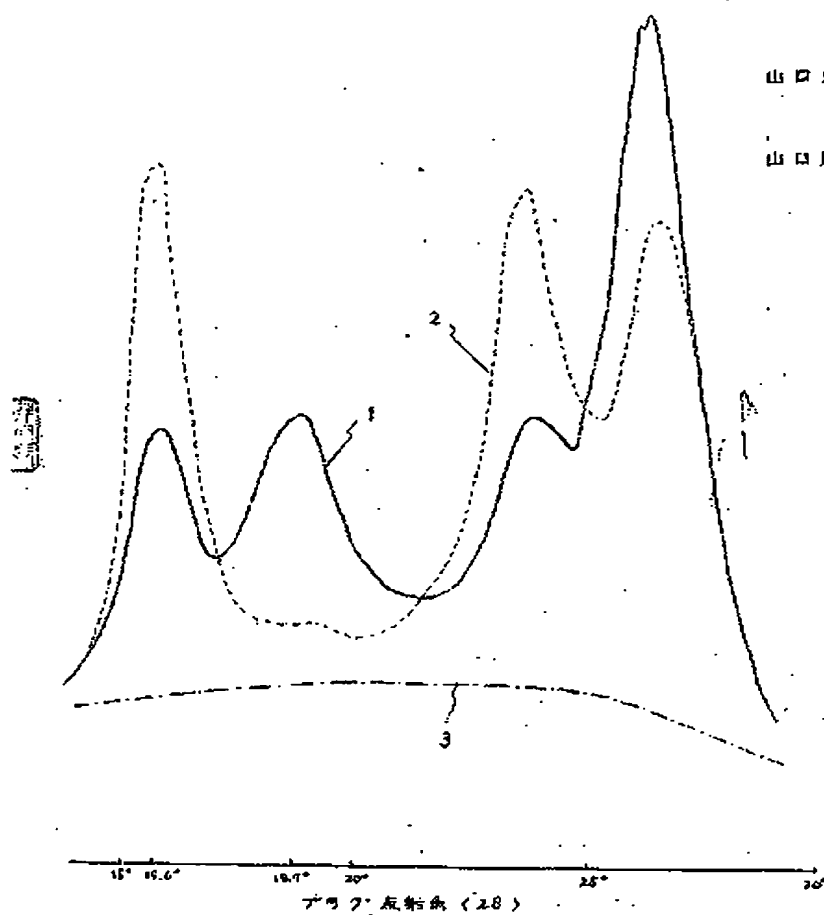
代理人 弁護士 藤 然

2. 前記以外の発明者

特開昭47-

山口県山口市山手町5丁目1の3 氏

山口県山口市山手町1丁目6の5 氏



- 2 -